

16.06.03

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

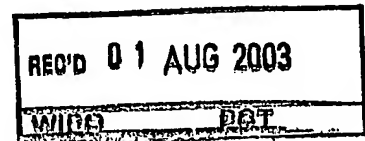
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 6 月 1 9 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 1 7 8 3 1 9
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 2 - 1 7 8 3 1 9]

出 願 人 株式会社上野製薬応用研究所
Applicant(s):



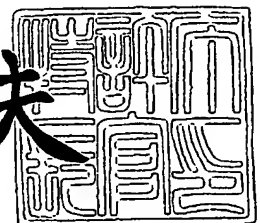
BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 3 年 7 月 1 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 P02US00003

【提出日】 平成14年 6月19日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 C07H 3/00
C07H 1/00

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県西宮市南郷町 10-27

【氏名】 上野 隆三

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県西宮市東山台 2-29 西宮名塩ウインディヒル
ズ見晴らしの丘 502

【氏名】 本多 純哉

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県伊丹市中央 4-4-2-203

【氏名】 古川 陽二郎

【特許出願人】

【識別番号】 000146423

【氏名又は名称】 株式会社上野製薬応用研究所

【代理人】

【識別番号】 100080609

【弁理士】

【氏名又は名称】 大島 正孝

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 006954

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9715704

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 結晶状マルチトールの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 第 1 マルチトール水溶液を混練装置に供給して混練および冷却し、その後、第 1 マルチトール水溶液よりも高固形分濃度の第 2 マルチトール水溶液を供給して継続して混練および冷却せしめ、生成した可塑性塊を冷却して固化物としそしてこの固化物を粉砕することを特徴とする結晶状マルチトールの製造方法。

【請求項 2】 第 1 マルチトール水溶液の固形分濃度が、70～97 重量%でありそして第 2 マルチトール水溶液の固形分濃度が 97.5～99.5 重量%である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】 マルチトール水溶液を混練装置に供給して混練および冷却し、その後水を添加して継続して混練および冷却せしめ、生成した可塑性塊を冷却して固化物としそしてこの固化物を粉砕することを特徴とする結晶状マルチトールの製造方法。

【請求項 4】 マルチトール水溶液の固形分濃度が 97.5～99.5 重量%である請求項 3 記載の方法。

【請求項 5】 水の添加を数回に分けて行うことを特徴とする請求項 3 記載の方法。

【請求項 6】 混練装置が冷却装置付きの連続式混練押出装置である請求項 1 または 3 記載の結晶状マルチトールの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する分野】

本発明は、結晶状マルチトールの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

マルチトールは消化管内で消化吸収されにくく、口内細菌によって発酵し難いことから低カロリー食品、ダイエット食品、低齲蝕性食品、糖尿病患者用等に用

いる甘味料として利用されている。しかしながらマルチトールは、その乾燥品が著るしく吸湿、潮解し易く、粉末状になり難いため、その取扱いが不便であるという問題点があった。

【0003】

この問題を解決するため、マルチトールの結晶化あるいは粉末化のために多くの技術が提案されている。特公平7-14953号公報には、マルチトール水溶液を細長い冷却・混練ゾーンを有する押出し機に連続的に供給し、種結晶の存在下で冷却・混練してマルチトールマグマを生成させた後、押出しノズルから連続的に押出すことによってマルチトール含蜜結晶なるものを製造する方法が提案されている。

【0004】

しかしながら、種結晶を用いた製造方法では、製造速度を向上させるためには種結晶の添加量を増量する必要がある、別途大量の種結晶を用意しなければならず製造工程が煩雑になる等の問題を有していた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、従来のマルチトール含蜜結晶の製造方法に比べ、製造効率が高格段に改善された結晶状マルチトールの新規な製造方法を提供することにある。

【0006】

本発明の他の目的は、種結晶を使用することなく、作業性が良く、低コストで、短時間のうちに効率よく結晶状マルチトールを製造する新規方法を提供することにある。

【0007】

本発明のさらに他の目的および利点は、以下の説明から明らかになろう。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明の上記目的および利点は、本発明によれば、第1に、第1マルチトール水溶液を混練装置に供給して混練および冷却し、その後、第1マルチトール水溶液を高固形分濃度の第2マルチトール水溶液に変更して供給しさらに継続して混

練および冷却することにより可塑性塊を製造し、この可塑性塊を冷却して固化物とした後それを粉砕することを特徴とする結晶状マルチトールの製造方法（以下、第1発明と称することがある）によって達成される。

【0009】

本発明の上記目的および利点は、本発明によれば、第2に、マルチトール水溶液を混練装置に供給して混練および冷却し、その後水を添加し、さらに継続して混練および冷却することにより可塑性塊を製造し、この可塑性塊を冷却して固化物とした後それを粉砕することを特徴とする結晶状マルチトールの製造方法（以下、第2発明と称することがある）によって達成される。

【0010】

【発明の好ましい実施態様】

以下、本発明方法について詳述する。

【0011】

第1発明においては、結晶状マルチトールを製造する際に固形分濃度の異なる少なくとも2種類の原料が使用される。即ち、最初に混練装置に供給される第1マルチトール水溶液（以下、第1原料という）には比較的低固形分濃度のものが使用され、次に供給されるマルチトール水溶液（以下、第2原料という）には第1原料に比べ高固形分濃度の第2マルチトール水溶液が使用される。これにより従来から一般的に行われていた種結晶を別途用意し、継続的に装置内に添加する工程を省略することが可能となる。第1および第2原料の各濃度は限定されるものではないが、第1原料は第2原料よりも低固形分濃度であることが重要である。例えば、第1原料としては、固形分濃度70～97重量%、純度88重量%以上のマルチトール水溶液が好ましく、固形分濃度93～96重量%、純度90重量%以上のマルチトール水溶液がより好ましい。また、第2原料としては、固形分濃度97.5～99.5重量%、純度88重量%以上のマルチトール水溶液が好ましく、固形分濃度98～99重量%、純度90重量%以上のマルチトール水溶液がより好ましい。

【0012】

上記第1および第2原料の供給速度は、使用する混練装置の種類や能力によっ

て異なるため適宜設定する必要があるが、各々の混練装置において製造効率が最適となるように第1および第2原料の供給速度を設定すればよい。また、第1および第2原料の供給速度は、同一である必要はなく、異なる速度で供給してもよい。例えばKRCニーダーS2型（（株）栗本鐵工所製）を使用した場合には、第1原料の供給速度が約0.1～6.0 kg/h r、第2原料の供給速度が約0.1～15 kg/h rが好ましい。

【0013】

また、原料供給時における混練装置のジャケット温度は、発生する結晶化熱を除去できる温度に調節すればよく、KRCニーダーS2型（（株）栗本鐵工所製）を使用した場合には、110℃以下が好ましく、95℃以下がより好ましい。このジャケット温度は、結晶化熱の発生具合によって第1および第2原料供給時において各々設定してもよい。

【0014】

原料を混練装置に供給する際の温度は、マルチトール結晶が析出しない温度が好ましい。流動性が高い方が取り扱いやすい点や、可塑性塊を形成させる上での調節のし易さ等を考慮して、第1原料が約90～120℃、第2原料が120～140℃であるのが好ましい。

【0015】

第1発明において、第1原料から第2原料への切り替えは、第1原料を混練装置に投入後、混練装置内あるいは混練装置の排出部から白色不透明の可塑性塊の生成が確認された後に行うのが好ましい。この切り替えを行うことによって、結晶状マルチトールの製造効率が改善される。

【0016】

第2発明においては、第1発明のように2種類の原料を用いる必要は無く、1種類の原料で結晶状マルチトールの製造が可能である。その際、原料となるマルチトール水溶液としては、固形分濃度97.5～99.5重量%、純度88重量%以上のものが好ましく、固形分濃度98～99重量%、純度90重量%以上のものがさらに好ましい。

【0017】

原料のマルチール水溶液の供給速度は、第1発明における第1原料の供給速度の場合と同様である。結晶状マルチールの製造効率をより改善するために、後述する水の添加工程後に原料の供給速度を第1発明における第2原料の供給速度と同様の速度に変更することができる。原料の供給速度の切換は混練装置内あるいは混練装置の排出部から白色不透明の可塑性塊の生成が確認された後に行うのが好ましい。

【0018】

第2発明においては、上記の如く、原料供給後に水の添加を行う。この水は水道水のごとき水でよいが、純粹で清浄な結晶状マルチールを製造するためにイオン交換水を用いるのが好ましい。

【0019】

添加する水の量は、原料のマルチール水溶液100重量部に対して、好ましくは約1.0～7.0重量部程度である。水の添加操作は、結晶状マルチールの生成具合によって、数回から十数回に分けて行うことができる。また、ポンプ等を用いて連続的または断続的に混練装置内に添加することができる。水の添加時期は、使用する混練装置によって異なるが、混練装置内部に原料が十分に行き渡った後、例えば原料液が排出口から排出されるのを確認してから添加すればよい。

【0020】

また、混練装置のジャケット温度は第1発明と同様であるが、水の添加工程前後で変更しても構わない。

【0021】

本発明において原料の調製は、固形分濃度約70重量%程度のマルチール水溶液を濃縮して製造する。その際、常圧下で加熱して水分を除去するとマルチール水溶液が着色することがあるため、減圧下で濃縮を行うことが好ましい。着色された原料を使用すると、目的とする結晶状マルチールの生成を妨げることがあるため、可能な限り無色透明の原料を調製することが大切である。

【0022】

本発明において使用可能な混練装置としては、混練・冷却が同時にできるもの

であれば開放型、密閉型あるいは回分式、連続式の種類を問わず使用可能であり、特に限定されないが、好ましくは混練・冷却後、排出口から連続的に押し出すことができるものであればよい。そのような混練装置としては、例えばエクストルーダー、コンティニアスニーダー、ミクストロン、ニーデックス等が挙げられる。その中でもエクストルーダーがより好ましく用いられる。エクストルーダーとしては、例えばKRCニーダー（（株）栗本鐵工所製）、食品用2軸エクストルーダー（日本製鋼所製）、二軸クッキングエクストルーダー（独W&P社製）等のエクストルーダーが挙げられる。

【0023】

連続式の混練装置から可塑性塊を排出する際、その形状としてヌードル状、リボン状、棒状、板状等の任意の形とすることができる。その後の冷却、粉碎等の工程を考慮に入れるとヌードル状またはリボン状に排出するのが好ましい。その際、排出口に付設する多孔板としては、孔径約2～5mm、開孔率約10～40%のものが好ましく用いられる。

【0024】

冷却方法は特に制限されないが、例えば混練装置から排出される可塑性塊に直接冷風をあてる方法や室温に放置する方法、金属網製のベルト上で冷風により室温程度まで冷却する方法等が採用できる。

【0025】

得られた結晶状マルチールは、乾燥工程なしに粉碎することで粉末状や顆粒状にすることができる。粉碎、造粒方法は、特に限定的ではない。通常の粉碎機、造粒機を用いることができる。また、必要であれば得られた粉末や顆粒を通常行われる乾燥方法で乾燥してもよい。

【0026】

以下、実施例および比較例により、本発明をさらに詳述する。

【0027】

【実施例】

実施例1

細長い混練・冷却ゾーンを有する連続式ニーダー（（株）栗本鐵工所製KRC

ニーダー S 2 型、60 rpm、ジャケット温度 = 80℃) に第 1 原料としてマルチトール水溶液 (純度 = 90 重量%、固形分濃度 = 約 95 重量%、110℃、無色透明) を 4 kg/h の速度で連続的に供給して継続的に混練および冷却したところ、しばらくして排出部の多孔板より白色不透明の可塑性塊の排出が確認された。その後、第 2 原料としてマルチトール水溶液 (純度 = 90 重量%、固形分濃度 = 約 98 重量%、125℃、無色透明) を 4 kg/h の速度で連続的に供給したところ、排出部の多孔板からヌードル状の可塑性塊が連続的に排出された。その後、第 2 原料の供給速度 8 kg/hr、ジャケット温度 55℃ に設定したが、ヌードル状の可塑性塊は安定して排出された。この可塑性塊を 30℃ 以下になるまで送風下で冷却し、固化物とした後、パワーミル P-3 型 (株) ダルトン製) に 200 kg/hr で供給して粉碎し、良質の結晶状マルチトールを得た。

【0028】

実施例 2

細長い混練・冷却ゾーンを有する連続式ニーダー ((株) 栗本鐵工所製 KRC ニーダー S 2 型、60 rpm、ジャケット温度 = 80℃) に原料のマルチトール水溶液 (純度 = 92 重量%、固形分濃度 = 約 97.6 重量%、130℃、無色透明) を 4 kg/h の速度で連続的に供給し、原料の供給開始から 5 分後に脱イオン水を 0.12 kg/hr の速度で添加し、継続して混練および冷却した。排出部の多孔板より白色不透明の可塑性塊の排出が確認されたところで水の添加を中止したところ、排出部の多孔板からヌードル状の可塑性塊が連続的に排出された。その後、原料の供給速度を 8 kg/hr、ジャケット温度 55℃ に設定したが、ヌードル状の可塑性塊は安定して排出され続けた。この可塑性塊を 30℃ 以下になるまで送風下で冷却し、固化物とした後、パワーミル P-3 型 ((株) ダルトン製) に 200 kg/hr で供給して粉碎し、良質の結晶状マルチトールを得た。

【0029】

【発明の効果】

本発明方法によれば、種結晶を使用することなく、従って作業性は良く、低コストで、短時間で効率的に結晶状マルチトールを製造することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 種結晶を使用することなく、作業性が良く、低コストで、短時間のうちに効率よく結晶状マルチトールを製造する新規方法を提供すること。

【解決手段】 第1マルチトール水溶液を混練装置に供給して混練および冷却し、その後、第1マルチトール水溶液を高固形分濃度の第2マルチトール水溶液に変更して供給しさらに継続して混練および冷却することにより可塑性塊を製造しそしてそれを冷却して固化物とした後、粉碎する結晶状マルチトールの製造方法並びに別法として、マルチトール水溶液を混練装置に供給して混練および冷却し、その後水を添加し、さらに継続して混練および冷却することにより可塑性塊を製造し、それを冷却して固化物とした後、粉碎する結晶状マルチトールの製造方法。

【選択図】 なし

特願2002-178319

出願人履歴情報

識別番号

[000146423]

1. 変更年月日

1990年 8月 8日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区高麗橋2丁目4番8号

氏 名

株式会社上野製薬応用研究所

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.